

PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

Date of Application: March 10, 2003
Application Number: Patent Application No. 2003-063204
Applicant(s): Kuraray Co., Ltd.

July 24, 2003

Commissioner,
Japan Patent Office
Yasuo Imai

Certificate No. 2003-3058742

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 3 年 3 月 1 0 日
Date of Application:

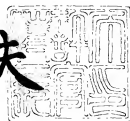
出 願 番 号 特 願 2 0 0 3 - 0 6 3 2 0 4
Application Number:
[ST. 10/C] : [J P 2 0 0 3 - 0 6 3 2 0 4]

出 願 人 株 式 会 社 ク ラ レ
Applicant(s):

2 0 0 3 年 7 月 2 4 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康 夫



出証番号 出証特 2 0 0 3 - 3 0 5 8 7 4 2

【書類名】 特許願

【整理番号】 K02138BP00

【提出日】 平成15年 3月10日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 D01F 6/14

【発明者】

 【住所又は居所】 岡山県岡山市海岸通1丁目2番1号 株式会社クラレ内

 【氏名】 水城 俊

【発明者】

 【住所又は居所】 岡山県岡山市海岸通1丁目2番1号 株式会社クラレ内

 【氏名】 西山 正一

【発明者】

 【住所又は居所】 岡山県岡山市海岸通1丁目2番1号 株式会社クラレ内

 【氏名】 鎌田 英樹

【特許出願人】

 【識別番号】 000001085

 【氏名又は名称】 株式会社クラレ

 【代表者】 和久井 康明

 【電話番号】 03-3277-3182

【手数料の表示】

 【予納台帳番号】 008198

 【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

 【物件名】 明細書 1

 【物件名】 要約書 1

【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 高吸水性ポリビニルアルコール系合成繊維およびその製法

【特許請求の範囲】

【請求項1】 水溶性のポリビニルアルコール系ポリマーに架橋成分が導入されてなり、以下の条件を満足することを特徴とするポリビニルアルコール系合成繊維。

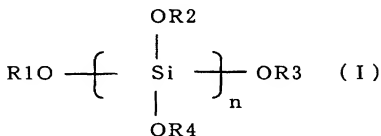
(1) 30℃水の吸水倍率が10～100倍であること、

(2) 98℃水で90%以上溶解すること、

【請求項2】 ポリビニルアルコールと水素結合、および／またはエステル、エーテル結合を形成する架橋成分を導入して得られる請求項1記載のポリビニルアルコール系合成繊維。

【請求項3】 架橋成分として下記(I)で表されるシランモノマーとそのオリゴマー、またはポリアクリル酸、ポリアクリル酸塩を導入して得られる請求項1記載のポリビニルアルコール系合成繊維。

【化1】



(式(I)中のR1～R4はH、炭素数1～5のアルキル基または酢酸基の何れかである。nは1～10である。)

【請求項4】 水溶性のポリビニルアルコール系ポリマーに対し、ポリマーの溶解工程から乾燥工程に至るまでのいずれかの工程において、架橋剤および／または架橋性ポリマーを触媒の存在下で原液溶媒あるいは抽出溶媒に溶解し繊維中に導入し、乾燥、延伸、熱処理工程で反応導入させることを特徴とするポリビニルアルコール系合成繊維の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、吸水性に優れたポリビニルアルコール系合成繊維に関するものである。

【0002】**【従来の技術】**

従来、高吸水性繊維としては、ポリアクリル酸塩系が代表的に知られており、その特徴を生かして、衛生材料、医薬用雑品、電気機械材料、食品包装材料、農業用、土木建築用等幅広い用途展開がなされている。しかしながら、繊維自体の強度が弱いため、高吸水性繊維単独での使用が実質的に不可能で、加工性も乏しく価格も高いばかりか、熱水に溶解しない為に廃棄で焼却処理が必要になることが問題となっている。

【0003】

ポリビニルアルコール（以下、PVAと称す）系繊維は、PVA分子中の水酸基同志が分子内及び分子間の水素結合を形成し、この結合が極めて強固であるため、分子内および分子間への水の浸入が妨げられ、常温水中ではほとんど形態変化がみられず、かつほとんど吸水しない。このPVA系繊維に高吸水性を付与すべく種々の検討がなされている。例えば、高吸水性樹脂とPVAとの混合紡糸（特許文献1参照）が検討されており、 α -オレフィンまたはビニル化合物と無水マレイン酸との共重合体のアルカリ金属塩に架橋導入した高吸水性ポリマーとPVAとの混合紡糸によりPVA系の高吸水性繊維が得られることが記載されている。しかしながら、そこに記載された製造方法は、PVAと単独では繊維化できない高吸水性ポリマーとのブレンドであるがゆえ、得られる繊維の強度は1 cN/dtex未満と低く、さらに熱処理による架橋反応時間が長く、ランニングコストがかかる問題があった。

【0004】

一方、例えば、カルボン酸変性PVAを乾式紡糸することにより、吸水倍率が100倍以上のPVA系繊維を得る発明が提案されている（特許文献2参照）、しかし、カルボン酸変性量が9～15モル%と多く、そのためコスト高となり、また繊維性能に劣るため不織布などの繊維構造物を作製する場合、工程性に問題が

あった。さらに、自己架橋性PVAポリマーを紡糸したり、非自己架橋性PVA繊維に架橋を導入し、吸水化する例もある(特許文献3参照)が、吸水性能が低く、全延伸倍率を3倍以上に上げられないため繊維の強度が低く、また触媒を使用しないため架橋導入に長時間を要し、ランニングコストがかかるものであった。

【0005】

【特許文献1】 特開平1-192815号公報

【特許文献2】 特開平3-014613号公報

【特許文献3】 特開平7-189023号公報

【0006】

【発明が解決しようとする課題】

上記したように、高吸水性のPVA系繊維を得るにあたっては、吸水性能が不十分であったり、生産性が低くコスト高になったり、廃棄に際し焼却処理が必要になる等の問題点があり、これらの問題点が解決された高吸水性のPVA系繊維の開発が望まれていた。

【0007】

【課題を解決するための手段】

上記の目的を達成すべく本願発明者等は、鋭意検討を重ねた結果、水溶性のPVAポリマーに対して特別な工程を必要とせず、通常の紡糸工程中において触媒の存在下で短時間に架橋成分を導入することにより、吸水性能が高いにもかかわらず不織布などの繊維構造物を得るために必要な繊維性能を有し、且つ一定時間を経たり、水温を上げたりすることにより水に溶解し、生分解性を示す高吸水性PVA系繊維が安価に得られることを見出した。

【0008】

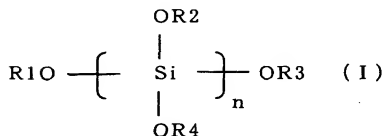
すなわち本発明は、水溶性のPVA系ポリマーに架橋成分が導入されてなり、以下の条件を満足するPVA系合成繊維である。

- (1) 30℃水の吸水倍率が10～100倍であること、
- (2) 98℃水で90%以上溶解すること、

好ましくはポリビニルアルコールと水素結合、および／またはエステル結合を形成する架橋成分が導入されてなるPVA系合成繊維であり、より好ましくは架橋

成分として下記（I）で表されるシランモノマーとそのオリゴマー、またはポリ
 アクリル酸、ポリアクリル酸塩が導入されてなるPVA系合成繊維である。

【化2】



（式（I）中のR1～R4はH、炭素数1～5のアルキル基または酢酸基の何れかである。nは1～10である。）

また本発明は、好ましくは水溶性のPVA系ポリマーに対し、ポリマーの溶解工程から乾燥工程に至るまでのいずれかの工程において、架橋剤および／または架橋性ポリマーを触媒の存在下で原液溶媒あるいは抽出溶媒に溶解し繊維中に導入し、乾燥、延伸、熱処理工程で反応導入させることで、上記（1）と（2）を満足するPVA系合成繊維の製造方法である。

【0009】

【発明の実施の形態】

まず本発明において、繊維を構成するポリマーとしては水溶性のPVA系ポリマーを用いる必要がある。本発明のPVA系高吸水繊維は、常温水を多く吸水することに特徴がある。これは、詳細は後述するが、常温水で溶解するPVA系繊維に架橋を導入することで高吸水化されたものであり、その架橋部分が温度、pHなどの外部刺激や経過時間により解離することで熱水可溶化されたものである。従って、本発明に用いられるPVA系ポリマーとしては、それを架橋することなく紡糸した場合に常温水溶性となるようなものを選定しなければならない。これを達成する水溶性PVA系ポリマーとしては、ビニルアルコールユニット以外のユニットが酢酸ビニルユニットからなる、いわゆる部分ケン化PVAの場合、ケン化度は97モル%未満、すなわち酢酸ビニルユニットは3モル%以上が好ましい。しかし、ケン化度が80モル%以下では得られる繊維間の膠着が大きく、また紡糸性も不調であり好ましくない。

【0010】

ビニルアルコールユニットと酢酸ビニルユニット以外のユニットを含有する、いわゆる変性PVA系ポリマーを使用する場合、変性ユニットが結晶化阻害の効果が大い単位である場合には、0.5モル%程度の変性のPVA系ポリマーであっても本発明に好適に使用できる場合もあるが、一般的には1モル%以上、特に2モル%以上変性したPVA系ポリマーを用いることが好ましい。変性PVA系ポリマーの場合、ケン化度は97モル%未満でなくとも、その結晶阻害効果のために常温水溶性が得られる。変性度、変性ユニットによっては、酢酸ビニルユニットが1モル%未満でも常温水溶性が得られるようなケン化度のものを使用すればよい。一方で、変性ユニットが20モル%を超えると結晶性の低下が顕著となり、繊維物性の低下が生じるばかりか、紡糸性も低下するため好ましくない。

【0011】

変性ユニットとしては、エチレン、アリルアルコール、イタコン酸、アクリル酸、ビニルアミン、無水マレイン酸とその開環物、スルホン酸含有ビニル化合物、ビバリン酸ビニルの如く炭素数が4以上の脂肪酸ビニルエステル、ビニルピロリドン、および上記イオン性基の一部または全量を中和した化合物などが例示できる。変性ユニットの導入法は共重合による方法でも、後反応による導入方法でもよい。また変性ユニットのポリマー鎖内での分布はランダムでもブロックでもグラフトでも特に限定はない。また該ポリマーの重合度は特に限定されないが、繊維の機械的性能、吸水性などの点からは重合度1000以上、特に1500以上とするのが好ましく、繊維の紡糸性などの点からは4000以下であるのが好ましい。

【0012】

先述したが、本発明の高吸水性PVA系繊維は、上記組成からなる水溶性のPVA系ポリマーに架橋成分が導入されることにより得られるものである。

本発明のPVA系繊維の吸水性能は吸水倍率として表されるが、吸水倍率は30℃水で10～100倍の範囲であることが重要である。吸水倍率が10倍よりも低い場合、吸水性能が要求される用途に使用することが困難となる。一方、吸水

倍率が100倍よりも高くなるような繊維を製造することは可能であるが、そのような繊維を製造した場合、繊維強度が低くなりすぎ、不織布などの繊維構造物を作製する場合、工程性に問題が生じる。また、そのような吸水性の高い繊維の場合、当然のことながら吸湿性も高くなるため、不織布などの繊維構造物を作製する場合、工程性に問題が生じる。好ましくは15～80倍の範囲であり、より好ましくは20～50倍の範囲である。

【0013】

次に本発明のPVA系繊維の製造方法について説明する。

本発明においては、水溶性のPVA系ポリマーを水あるいは有機溶剤に溶解した紡糸原液を用いて後述する方法で繊維を製造することにより、機械的性能および吸水性に優れた繊維を効率的に得ることができる。もちろん、本発明の効果を損なわない範囲であれば、紡糸原液中に添加剤やポリマーが含まれていてもかまわない。紡糸原液を構成する溶媒としては例えば水、DMSO、ジメチルアセトアミド、ジメチルホルムアミド、N-メチルピロリドンなどの極性溶媒、グリセリン、エチレングリコールなどの多価アルコール類、およびこれら溶媒とロダン塩、塩化リチウム、塩化カルシウム、塩化亜鉛などの膨潤性金属塩の混合物、さらにはこれら溶媒どうしの混合物、あるいはこれら溶媒と水との混合物などが挙げられるが、この中では水やDMSOが低温溶解性、低毒性、低腐食性などの点で最も好適である。

【0014】

紡糸原液中のポリマー濃度は組成、重合度、溶媒によって異なるが、8～40質量%の範囲であることが好ましい。紡糸原液の吐出時の液温は、紡糸原液がゲル化したり分解・着色したりしない範囲であり、具体的には50～150℃の範囲とすることが好ましい。

【0015】

かかる紡糸原液をノズルから吐出して湿式紡糸あるいは乾式紡糸を行えばよく、PVAポリマーに対して固化能を有する固化液に吐出すればよい。特に多ホルから紡糸原液を吐出する場合には、吐出時の繊維同士の膠着を防止する点から乾湿式紡糸法よりも湿式紡糸法の方が好ましい。なお、湿式紡糸法とは、紡糸口

金から直接固化浴に紡糸原液を吐出する方法のことであり、一方乾湿式紡糸法とは、紡糸口金から一旦、空気や不活性ガス中に紡糸原液を吐出し、それから固化浴に導入する方法のことである。

【0016】

本発明において用いる固化浴は、原液溶媒が有機溶媒の場合と原液が水溶液の場合では異なる。有機溶媒を用いた原液の場合は、得られる繊維強度等の点から固化溶媒と原液溶媒からなる混合液が好ましく、固化溶媒としてはメタノール、エタノールなどのアルコール類や、アセトン、メチルエチルケトンなどのケトン類などのPVAポリマーに対して固化能を有する有機溶媒、特にメタノールとDMSOからなる有機溶媒が好ましく、かつ固化浴中での固化溶媒／原液溶媒の質量比は25／75～95／5が好ましく、工程性および溶剤回収の点で55／45～80／20がより好ましい。また固化浴の温度は30℃以下が好ましく、特に均一な冷却ゲル化のためには20℃以下、より好ましくは15℃以下である。

一方、紡糸原液が水溶液の場合には、固化液を構成する固化溶媒としては、芒硝、塩化ナトリウム、炭酸ソーダなどの、PVA系ポリマーに対して固化能を有する無機塩類の水溶液が好適に挙げられる。本固化浴は当然酸性、アルカリ性であってもかまわない。

【0017】

次に固化された糸篠から紡糸原液の溶媒を抽出除去する。抽出の際に糸篠を湿延伸することが、乾燥時の繊維間膠着を抑制するうえでも、さらに得られる繊維の強度を高めるうえでも好ましい。湿延伸倍率としては2～6倍であることが好ましい。抽出は、通常は複数の抽出浴を通すことにより行われる。抽出浴としては、固化溶媒単独あるいは固化溶媒と原液溶媒の混合液が用いられ、また抽出浴の温度は0～50℃の範囲が採用される。

【0018】

次いで糸篠を乾燥してPVA系繊維を製造すればよいが、本発明において、原液溶解から乾燥工程に至るまでのいずれかの工程に、架橋剤、架橋性ポリマー、および触媒を、原液溶媒あるいは抽出溶媒に溶解して繊維中に架橋成分を導入することが好ましい。本発明に用いられる架橋剤は、架橋剤を効率的に繊維内部ま

でに微分散させる点からは、原液溶媒、抽出溶媒に溶解可能な架橋剤を用いるのが好ましい。原液に添加する場合は、原液溶解時に溶解する物質と共に原液溶媒へ添加し溶解する。この場合、PVA系ポリマーを溶解する前に添加しても、PVA系ポリマーが溶解した後に添加してもよい。また、原液溶解中に架橋反応が起こらないように、失活剤を同時に仕込むことは何等問題ない。一方抽出溶媒に添加する場合は、原液溶媒の抽出完了後、乾燥工程の前の抽出浴に架橋剤を溶解し、繊維中に導入すればよい。この場合、抽出浴で繊維が抽出浴により膨潤していることが繊維中への均一分散の点から重要であり、そのためには抽出浴はメタノール等のアルコール類であることが好ましい。

【0019】

架橋剤は、PVA系ポリマーの水酸基と反応するものであれば特に限定されず、アルデヒド類、エポキシ類、イソシアネート類、シラノール類、カルボン酸類等が挙げられる。この中で、熱水溶解性の観点から、テトラメトキシシラン、テトラエトキシシラン、テトラブトキシシランなどのアルコキシシラン類とその酢酸置換物、およびその加水分解オリゴマー、またはポリアクリル酸やポリメタクリル酸などのカルボン酸含有ポリマーおよびその塩などが好ましい。架橋剤の添加量は要求される吸水性能と熱水可溶性に応じて適宜設定すればよいが、例えばアルコキシシラン類の場合は、0.1~50 g/Lの範囲が好ましく、より好ましくは1~20 g/Lの範囲である。これらの架橋剤は単独で用いる他、PVA系ポリマー、あるいは原液に添加する他のポリマーに変性されていてもよい。

【0020】

このようにして繊維中に導入された架橋剤を、紡糸中または紡糸後に反応させることにより、本発明の高吸水性と熱水可溶性を有するPVA系繊維を製造することができる。

繊維化工程中で架橋を行う場合、固化・抽出浴中に架橋触媒を溶解して繊維中に導入することで、乾燥、延伸および熱処理工程での熱により架橋を形成できる。

架橋反応を行うに際し、その架橋触媒の種類及び添加量は適宜選択すればよい。

架橋触媒については、架橋剤と同様に、抽出溶媒に可溶であることが好ましい。また触媒の種類については、有機酸（カルボン酸類、スルホン酸類等）、無機酸（硫酸、塩酸等）に関わらず架橋可能であるが、装置の腐食性を鑑みると、強酸である無機酸よりも弱酸である有機酸の方が好ましい。しかしながら、酸の解離係数が低すぎても架橋形成に必要な添加量が多くなり、コストアップとなり好ましくない。好適に用いられる有機酸としては、マレイン酸、クエン酸、酒石酸等の有機カルボン酸系、p-トルエンスルホン酸等に挙げられる有機スルホン酸系が好ましい。また架橋触媒の添加量は好ましくは0.01~10 g/L、より好ましくは0.1~5 g/Lの範囲である。

【0021】

さらに、抽出浴中でPVA系繊維に親水性基を導入することが可能である。親水性基を有し、かつPVA系繊維の水酸基と反応し得る官能基を有する化合物を反応させることによりアセタール結合、エーテル結合、エステル結合などを介して親水性基を導入する方法が挙げられる。このような化合物は種々知られているが、PVA系繊維中の水酸基との反応率の点から、PVA系繊維にアセタール結合を介して親水性基を導入することができる化合物が好ましい。かかる化合物としては、例えばo-カルボキシベンズアルデヒド、p-カルボキシベンズアルデヒド等のアルデヒド基を有するカルボン酸、o-ベンズアルデヒドスルホン酸、o、p-ベンズアルデヒドジスルホン酸、7-ホルミル-1-ヘプタンスルホン酸エチレンアセタール等のアセタール基を有するスルホン酸およびそれらのアルカリ金属塩などを挙げるができるが、親水性の点から、アルデヒド基を有するスルホン酸、アセタール基を有するスルホン酸および/またはそれらのアルカリ金属塩が好ましい。これらの化合物を、上述した架橋剤および酸触媒とともに置換浴に含浸後、乾燥・延伸・熱処理工程での熱により反応させることにより、PVA系繊維中にアセタール結合を介して親水性基を導入することができる。これらの化合物は1種のみを用いてもよいし、2種以上を組合せて用いてもよい。さらに、上記親水性基を含有した架橋剤を使用することにより、架橋と親水化を同時に行うことももちろん可能である。PVA系ポリマーに親水性基を導入する場合、上記のいずれかの方法による場合にも、親水性基を有する化合物の導入量は

、PVA系重合体の紡糸性、PVA系繊維の融点に影響を及ぼさない範囲内で変化させることが可能であり、0.01～20モル%の範囲であることが好ましく、0.5～15モル%の範囲であることがより好ましい。

【0022】

本発明の繊維は、また、固化浴を使用しないいわゆる乾式紡糸によっても製造することが可能である。この場合も、同様のポリマーと架橋剤を用いることができる。具体的には、原料PVAを溶解する際に架橋剤を添加する。同時に反応触媒を添加することも可能であるが、原液中での反応を抑制する必要がある。例えば、繊維化した後で熱分解して酸触媒として作用する硫酸アンモニウムは、好適な潜在酸触媒として用いられる。

【0023】

抽出工程を経た後、乾燥工程に糸篠を導く。架橋成分と架橋触媒両方が乾燥工程までに付与された場合には、乾燥工程及び乾燥工程後の延伸・熱処理工程にて架橋が形成されるのである。このとき、必要に応じて油剤などを付与して乾燥すればよい。乾燥温度は、210℃以下とするのが好ましく、特に乾燥初期は160℃以下の低温で乾燥し、乾燥後半は高温で乾燥する多段乾燥が好ましい。さらに乾熱延伸および必要に応じて乾熱収縮を施し、PVA分子鎖を配向・結晶化させ、繊維の強度を高めるのが好ましい。というのも、繊維の強度が低すぎると、例えば不織布等の構造体に加工する場合、その工程通過性が悪くなることが容易に予想されるためである。繊維の機械的性能を高めるためには、150～250℃の温度条件下で乾熱延伸を行うのが好ましい。

【0024】

本発明により得られる繊維の繊度は特に限定されず、例えば0.1～1000 d tex、好ましくは1～400 d texの繊維が広く使用できる。繊維の繊度はノズル径や延伸倍率により適宜調整すればよい。

【0025】

本発明の吸水性PVA系繊維は、例えばカットファイバー、フィラメント、紡績糸、紐状物、ロープ、フィブリル等の形態で使用可能である。また該繊維を用いて布帛、例えば不織布、織物等にしてもかまわない。もちろん、他の繊維と

併用してもよく、例えばバルブ、綿等の天然繊維、ポリエステル繊維、アクリル繊維、ポリアミド繊維（ナイロン、アラミド等）、非吸水性のPVA系繊維等の合成繊維等と併用して布帛等の繊維構造物にしてもかまわない。また必要に応じて、本発明の繊維構造物を他の素材、例えばフィルム、金属、樹脂等と複合することもできる。

【0026】

【実施例】

以下、実施例により本発明を詳細に説明するが、本発明は本実施例により何等限定されるものではない。なお本発明において、繊維の吸水倍率、溶出率、アルコキシシラン類の縮合数 n は以下の方法により求められたものを示す。

【0027】

[吸水倍率 倍]

繊維約0.25gを精秤(A)し、30℃の水100cc中に10分間浸漬する。その後、14メッシュのふるい上で濾過し、そのまま5分間放置後、質量を測定(B)する。一方で、同繊維の水分率(C)を測定しておく。

吸水倍率は下記式により算出する。

$$\text{吸水倍率 (倍)} = [B - \{A \times (100 - C) / 100\}] / \{A \times (100 - C) / 100\}$$

【0028】

[溶出率 %]

繊維約0.5gを精秤(A)し、98℃の熱水100cc中に30分間浸漬する。その後、濾紙で濾過し、遠心脱水後105℃×8時間熱風乾燥機中で乾燥し、乾燥後の繊維質量(B)を算出する。一方で、同繊維の水分率(C)を測定しておく。98℃熱水中における溶出率は下記式により算出する。

$$\text{溶出率 (\%)} = [\{A \times (100 - C) / 100\} - B] \times 100 / \{A \times (100 - C) / 100\}$$

【0029】

[アルコキシシラン類の縮合数 n]

高分解能²⁹Si-NMR使用し、シロキサン結合数によるピークシフトから帰属する。

ケミカルシフト

構造

-41ppm

-Si-OH又は-Si-OCH₃

-49ppm

≡Si-O-Si-

-57ppm

=Si-(O-Si)₂-

-65ppm

-Si-(O-Si)₃-

【0030】

[実施例1]

(1) 繊維原料として重合度1750、ケン化度97モル%、無水マレイン酸2モル%共重合されたPVAをDMSO溶液中に投入し、90℃で10時間窒素気流下にて240rpmで攪拌溶解し、ポリマー濃度20質量%の紡糸原液を得た。得られた90℃の紡糸原液を孔数15000ホール、孔径0.16mmの紡糸口金を通して、メタノール/DMSOの質量比が70/30、温度が10℃の固化浴中に湿式紡糸した。ついで、25℃のメタノールからなる抽出液でDMSOを抽出しながら2.5倍の湿延伸を行った。

(2) その後架橋剤としてテトラメトキシシランを10g/L、及び酸触媒として酒石酸を1g/L溶解した置換浴に浸漬した後、窒素雰囲気下で150℃、8分間乾燥し、その後180℃で1.3倍乾熱延伸を行って、単繊維5.5d tex、吸水倍率60.7倍、98℃溶出率100%のPVA系繊維を得た。

【0031】

[実施例2]

繊維原料として、重合度1750、ケン化度88モル%のPVAを使用する以外は実施例1と同様の方法で紡糸し、単繊維5.5d tex、吸水倍率25.6倍、98℃溶出率99.8%のPVA系繊維を得た。

【0032】

[実施例3]

架橋剤としてポリアクリル酸(分子量10,000)を1g/Lで使用し、酸触媒としての酒石酸は使用しない以外は実施例1と同様の方法で紡糸し、単繊維5.5d tex、吸水倍率37.1倍、98℃溶出率92.7%のPVA系繊維を得た。

【0033】

繊維原料として重合度1750、ケン化度98モル%、イタコン酸1mol%

共重合されたPVAを、ポリアクリル酸(分子量10,000)が1g/Lで溶解されている水中に投入し、90℃、10時間、240rpmで攪拌溶解しポリマー濃度15質量%の紡糸原液を得た。得られた90℃の紡糸原液を、孔数10000ホール、孔径0.08mmの紡糸口金を通して、飽和芒硝水溶液からなる酸性凝固浴中に紡出し、凝固および架橋を行った。さらに、得られた糸篠をローラードラフト3.0倍で湿熱延伸した後水洗し、さらに130℃にて乾燥した後、160℃にて延伸倍率1.5倍の乾熱延伸を行って、単繊維5.5d tex、吸水倍率32.4倍、98℃溶出率94.2%のPVA系繊維を得た。

【0034】

【比較例1】

(1) 繊維原料として重合度1750、ケン化度97モル%、無水マレイン酸2モル%共重合されたPVAをDMSO溶液中に投入し、90℃で10時間窒素気流下にて240rpmで攪拌溶解し、ポリマー濃度20質量%の紡糸原液を得た。得られた90℃の紡糸原液を孔数15000ホール、孔径0.16mmの紡糸口金を通して、メタノール/DMSOの質量比が70/30、温度が10℃の固化浴中に湿式紡糸した。ついで、25℃のメタノールからなる抽出液でDMSOを抽出しながら3.0倍の湿延伸を行った。

(2) その後架橋剤としてジメトキシテトラヒドロフランを3g/L、及び酸触媒としてマレイン酸を20g/L溶解した置換浴に浸漬した後、窒素雰囲気下で150℃、8分間乾燥し、その後170℃で2.0倍乾熱延伸を行って、単繊維5.5d tex、吸水倍率40.2倍、98℃溶出率24.2%のPVA系繊維を得た。

【0035】

【比較例2】

繊維原料として、重合度1750、ケン化度88モル%のPVAを使用する以外は比較例1と同様の方法で紡糸し、単繊維5.5d tex、吸水倍率20.1倍、98℃溶出率22.3%のPVA系繊維を得た。

【0036】

【発明の効果】

本発明は、水溶性のPVA系ポリマーに対し、ポリマー溶解工程から乾燥工程

に至るまでのいずれかの工程において架橋成分を導入することにより、吸水性能が高く、熱水可溶性により溶解処理と生分解が可能で、更に不織布などの繊維構造物を得るために必要な繊維強度をも有する高吸水性のPVA系繊維を安価に得ることを可能とする。

【書類名】 要約書**【要約】**

【課題】 吸水性能が高く、安価な PVA 系繊維を提供する。

【解決手段】 水溶性のポリビニルアルコール系ポリマーに架橋成分が導入されてなり、以下の条件を満足するポリビニルアルコール系合成繊維。

(1) 30℃水の吸水倍率が10～100倍であること、

(2) 98℃水で90%以上溶解すること

【選択図】 なし

特願 2003-063204

出願人履歴情報

識別番号

[000001085]

1. 変更年月日 1990年 8月 9日
[変更理由] 新規登録
住 所 岡山県倉敷市酒津1621番地
氏 名 株式会社クラレ
2. 変更年月日 2003年 4月22日
[変更理由] 名称変更
住所変更
住 所 岡山県倉敷市酒津1621番地
氏 名 株式会社クラレ